

CTMP001/P3

PN - DE10163864 A 20030710  
 PD - 2003-07-10  
 PR - DE20011063864 20011222  
 OPD - 2001-12-22

AB - The invention relates to a method for coating objects consisting of valve metals or the alloys thereof with a thin barrier layer of the metal and an oxide ceramic layer located thereon, the surface of said oxide ceramic layer being coated with fluoropolymers. The invention is characterised in that said fluoropolymers are introduced, in the form of a solution, into the capillary system of the oxide ceramic layer by means of vacuum impregnation, and are dried once the non-wetting parts of the solution have been removed.

IN - HEPPEKAUSEN JOSEF (DE) SCHULTE FRANK (DE)  
 PA - LEYBOLD VAKUUM GMBH (DE)  
 EC - C23C28/00 (N); C25D11/18 (N); F04D19/04 (N); F04D29/02C (N)  
 IC - C04B41/83 ; C23C28/00  
 CT - DE4239391 C2 [ ]; DE4124730 A1 [ ]  
 CTNP - [ ] KNOBLAUCH, Harald, SCHNEIDER, Ulrich; Bauchemie, Werner-Verlag, Düsseldorf, 1987, S.28-31

GVL - DERVANT

TI - Process for coating objects made from valve metals or their alloys with a thin barrier layer made from a metal and an oxide ceramic layer comprises inserting the fluoropolymers into the capillary system of the oxide ceramic layer and drying

PR - DE20011063864 20011222

PN - WO03056187 A1 20030710 DW200357 F04D19/04 Ger 018pp  
 DE10163864 A1 20030710 DW200357 C04B41/83 000pp

PA - (LEYBOLD VAKUUM GMBH)

IC - C04B41/48 ; C04B41/83 ; C23C28/00 ; C25D11/18 ; F01D5/28 ; F04D19/04 ; F04D29/02

IN - HEPPEKAUSEN J; SCHULTE F

AB - WO2003056187 NOVELTY - Process for coating objects made from valve metals or their alloys with a thin barrier layer made from a metal and an oxide ceramic layer whose surface is coated with fluoropolymers comprises inserting the fluoropolymers in the form of solution by vacuum impregnating into the capillary system of the oxide ceramic layer and drying after removing the non-wetting parts of the solution.

- DETAILED DESCRIPTION - Preferred Features: The valve metal is made from Al, Mg, Ti, Zr and their alloys. The oxide ceramic layer has a thickness of 40-150, especially 50-120 nm in.

- USE - Used for coating rotors made from aluminum or aluminum alloys for turbomolecular pumps (claimed)

- ADVANTAGE - The coating is uniform.

- (Dwg. 0/0)

OPD - 2001-12-22

DN - AE AG AL AM AT AU AZ BA BB BG BR BY BZ CA CH CN CO CR CU CZ DE DK DM DZ EC EE ES FI GB GD GE GH GM HR HU I  
 IS JP KE KG KP KR KZ LC LK LR LS LT LU LV MA MD MG MK MN MW MX MZ NO NZ OM PH PL PT RO RU SC SD SE SG SK S  
 TM TN TR TT TZ UA UG US UZ VC VN YU ZA ZM ZW

DS - BE CY EA FR GR IE IT MC NL OA SI SZ

AN - 2003-607968 [57]

BEST AVAILABLE COPY



①⑨ **BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND**



**DEUTSCHES  
PATENT- UND  
MARKENAMT**

⑫ **Offenlegungsschrift**  
⑩ **DE 101 63 864 A 1**

⑤ Int. Cl.<sup>7</sup>:  
**C 04 B 41/83**  
C 23 C 28/00

⑳ Aktenzeichen: 101 63 864.7  
㉔ Anmeldetag: 22. 12. 2001  
㉕ Offenlegungstag: 10. 7. 2003

**DE 101 63 864 A 1**

⑦① Anmelder:  
Leybold Vakuum GmbH, 50968 Köln, DE  
  
⑦④ Vertreter:  
Patentanwälte von Kreisler, Selting, Werner et col.,  
50667 Köln

⑦② Erfinder:  
Heppekausen, Josef, 50389 Wesseling, DE; Schulte,  
Frank, 51105 Köln, DE

⑤⑤ Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht  
zu ziehende Druckschriften:

DE 42 39 391 C2  
DE 41 24 730 A1

KNOBLAUCH, Harald, SCHNEIDER, Ulrich:  
Bauchemie,  
Werner-Verlag, Düsseldorf, 1987, S.28-31;

**Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen**

- ⑤④ Beschichtung von Gegenständen  
⑤⑦ Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Beschichtung  
von Gegenständen aus Ventilmetallen oder deren Legie-  
rungen mit einer dünnen Sperrschicht aus dem Metall  
und darauf befindlichen Oxidkeramiksicht, deren Ober-  
fläche mit Fluorpolymeren beschichtet ist, dadurch ge-  
kennzeichnet, dass man die Fluorpolymere in Form einer  
Lösung durch Vakuumimprägnierung in das Kapillarsy-  
stem der Oxidkeramiksicht einbringt und nach Entfer-  
nung der nicht benetzenden Lösungsanteile trocknet.

**DE 101 63 864 A 1**

[0001] Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Beschichtung von Gegenständen aus Ventilmetallen oder deren Legierungen sowie die so erhältlichen Gegenstände.

[0002] Die EP 0 545 230 A1 betrifft ein Verfahren zur Erzeugung von gegebenenfalls modifizierten Oxidkeramiksichten auf Sperrschicht-bildenden Metallen und damit erhaltene Gegenstände. Um die Dicke und Verschleißfestigkeit von Oxidkeramiksichten auf Sperrschicht-bildenden Metallen zu erhöhen, wird eine plasmachemische anodische Oxidation in einem chloridfreien Elektrolytbad mit einem pH-Wert von 2 bis 8 bei konstanter Stromdichte von mindestens 1 A/dm<sup>2</sup> durchgeführt, bis sich die Spannung auf einen Endwert einstellt. Auf Gegenständen aus Aluminium oder Aluminiumlegierungen kann eine Oxidkeramiksicht erzeugt werden, die aus Korund besteht. Auch auf Magnesium und Titanium werden Schichtdicken bis zu 150 µm erreicht.

[0003] Für viele Anwendungen müssen hochbelastete Bauteile aus Ventilmetallen auch unter extremen Bedingungen korrosionsbeständig und verschleißfest sein. Das gelingt, in dem man derartige Gegenstände mit einer Oxidkeramiksicht mit einem weitmaschigen verknüpften Kapillarsystem versieht, Teilchen von Fluorpolymeren einbringt, die wenigstens in einer Dimension kleiner sind als der Durchmesser der Kapillaren und den Gegenstand mit dem vorgefüllten Kapillarsystem wechselnden Druckbedingungen aussetzt.

[0004] DE 41 24 730 C2 betrifft ein Verfahren zur Einlagerung von Fluorpolymeren in mikroporöse, durch anodische Oxidation hergestellte Oberflächen von Gegenständen aus Aluminium oder dessen Legierungen, dadurch gekennzeichnet, dass eine wässrige Suspension von Fluorpolymeren oder deren Vorstufe mit einer Teilchengröße von 1 bis 50 nm in die senkrecht zum Metall stehenden Kapillaren einer Harteloxalschicht eingelagert werden.

[0005] Die DE 42 39 391 C2 betrifft Gegenstände aus Aluminium, Magnesium oder Titan mit einer mit Fluorpolymeren gefüllten Oxidkeramiksicht und Verfahren zu ihrer Herstellung. Beschrieben werden Gegenstände aus dem Sperrschicht-bildenden Metall mit einer dünnen festhaftenden Sperrschicht auf dem Metall, auf der sich eine gesinterte dichte Oxidkeramiksicht und darauf eine Oxidkeramiksicht mit einem weitmaschig verknüpften Kapillarsystem befindet, das im wesentlichen mit Fluorpolymeren gefüllt ist. Die Oxidkeramiksicht hat insbesondere eine Dicke von 40 bis 150 µm. Beispiele solcher Gegenstände sind Rotoren für Turbomolekularpumpen, Turbolader für Diesel- oder Benzinmotoren, Bauteile aus Vakuum- oder Plasmatechnik, Walzen für Koronarentladungen und Ultraschallsonotoden, jeweils aus Aluminium oder Aluminiumlegierungen. Es wird beschrieben, dass man in die äußere Oxidkeramiksicht einzubringende Teilchen des Fluorpolymeren oder seiner Vorstufe, sofern es sich nicht um Flüssigkeiten handelt, als Lösung oder Suspension in einem geeigneten Lösungsmittel einbringt. Wesentlicher Kern dieser Beschreibung ist es, die Teilchen von Fluorpolymeren in einem geeigneten Lösungsmittel wechselnden Druckbedingungen auszusetzen, wofür sich ein Imprägniersystem eignet, bei dem zunächst mittels Vakuum die Luft aus dem Kapillarsystem der Oxidkeramiksicht entfernt wird und anschließend unter Einwirkung des Vakuums, die Teilchen in die Poren eindringen und nach dem das Vakuum aufgehoben ist, durch den atmosphärischen Druck in Poren gepresst und somit auch feine Verästelungen erreichen sollen.

[0006] Als besonders geeignete Fluorpolymere werden insbesondere die Polymeren und Copolymeren von Tetrafluorethylen, Hexafluorpropen, Vinylidenfluorid, Vinyl-

fluorid und Trifluorchlorethylen beschrieben. Diese Fluorpolymere sind bekanntermaßen in praktisch keinem Lösungsmittel löslich, so dass davon auszugehen ist, dass gemäß der DE 42 39 391 C2 diese für Polymere in Form von Dispersionen in die Oberfläche eingebracht werden.

[0007] Ein ähnliches Verfahren wird in dem japanischen Patent JP 2,913,537 beschrieben. Ein korrosionsbeständiger Aufbau ist dadurch gekennzeichnet, dass in einem in Kontakt mit Chlorgas kommenden Aluminium/Legierungsteil einer Turbomolekularpumpe zum Entlassen von Chlorgas bei Halbleiterherstellungs-Vorrichtungen eine plattierte Schicht aus Ni-P-Legierung mit einer Dicke von etwa 20 µm vorgesehen ist, und das auf der plattierten Schicht eine Fluorharz-Schutzschicht dadurch gebildet ist, dass ein Rotor und ein Stator der Turbomolekularpumpe in eine Flüssigkeit zum Bilden der Schicht aus Fluorharz eingetaucht und daraufhin getrocknet werden.

[0008] Dem vorgenannten Stand der Technik ist gemeinsam, dass sich die Fluorpolymere im wesentlichen auf der äußeren Oberfläche der oxidkeramischen befindlichen Schicht, jedoch nur zu einem geringen Anteil in die Verästelungen eindringen.

[0009] Die Aufgabe der vorliegenden Erfindung besteht somit in einer Verbesserung der Gleichmäßigkeit, Beschichtung und damit der Abdichtung von Gegenständen, insbesondere oxidkeramischen Schichten.

[0010] Die vorgenannte Aufgabe wird in einer ersten Ausführungsform gelöst durch ein Verfahren zur Beschichtung von Gegenständen aus Ventilmetallen oder deren Legierungen mit einer dünnen Sperrschicht aus dem Metall und einen darauf befindlichen Oxidkeramiksicht, deren Oberfläche mit Fluorpolymeren beschichtet ist, dadurch gekennzeichnet, dass man die Fluorpolymere in Form einer Lösung durch Vakuumimprägnierung in das Kapillarsystem der Oxidkeramiksicht einbringt und nach Entfernung der nicht benetzenden Lösungsanteile trocknet.

[0011] Durch die Nachbehandlung von insbesondere anodisch erzeugtem Oxid- oder Keramiksichten mittels Vakuumimprägnierung mit Lösungen von Fluorpolymeren können die Eigenschaften bezüglich der Dichtigkeit der Schutzschichten gegenüber dem Stand der Technik wesentlich verbessert werden. Ein weiterer Vorteil bei der Anwendung der beschriebenen Polymere liegt in deren extrem hohen Beständigkeiten gegenüber aggressiven und korrosiven Medien. Diesen Medien können beispielsweise beim Einsatz von Turbomolekularpumpen in Plasmaätzen gasförmig sein aber auch Flüssigkeiten oder Dämpfe von Säuren oder Alkalien umfassen.

[0012] In gleicher Weise ist auch die Imprägnierung mit Fluorpolymeren in gelöster Form möglich, ohne die Notwendigkeit der vorherigen Beschichtung oxidischer oder keramischer Art. Auch die so behandelten Oberflächen zeichnen durch besondere Eigenschaften wie das Abweisen von Schmutz oder Staubpartikeln sowie Unbenetzbarkeit durch Medien wie Wasser, Öle oder andere Flüssigkeiten aus.

[0013] Mit Hilfe der vorliegenden Erfindung ist es möglich, gegenüber dem Stand der Technik die Gleichmäßigkeit der Benetzung signifikant zu verbessern. Hierzu dient die Vakuumimprägnierung der obengenannten Schichten bei der das gelöste Fluorpolymere in die Poren bzw. mikroskopisch kleine Hohlräume der Schichten eindringt.

[0014] Die Vorteile der erfindungsgemäßen Beschichtungen liegen insbesondere in der sehr niedrigen Oberflächenenergie. Sie resultiert in einer optimalen Sperrwirkung gegenüber beinahe allen Lösungsmitteln, zu denen insbesondere Lösemittel, Öle (auch Silikonöle) sowie Flüssigkeiten auf Wasserbasis zählen. Auch Feststoffe können sich nur sehr schwer auf der Oberfläche des Films ablagern. Die glei-

che Eigenschaft bewirkt darüber hinaus eine sehr gute Haftung auf den Ventilmetalen. Weiterhin ist hervorzuheben die hohe chemische, thermische und elektrische Stabilität, die von den üblichen Betriebsbedingungen unbeeinflusst bleibt, denen die behandelten Oberflächen ausgesetzt sind. Besonders bevorzugt im Sinne der vorliegenden Erfindung wird als Ventilmetall Aluminium, Magnesium, Titan, Niob oder Zirkonium und deren Legierungen eingesetzt.

[0015] Besonders hervorzuheben ist an dieser Stelle Aluminium und Aluminiumlegierungen, die häufig für die Herstellung von Rotoren in Turbomolekularpumpen eingesetzt werden.

[0016] Unter Aluminium und dessen Legierungen werden im Rahmen der vorliegenden Erfindung Reinstaluminium und Legierungen AlMn; AlMnCu; AlMg<sub>1</sub>; AlMg<sub>1,5</sub>; E-AlMgSi; AlMgSi<sub>0,5</sub>; AlZnMgCu<sub>0,5</sub>; AlZnMgCu<sub>1,5</sub>; G-AlSi<sub>12</sub>; G-AlSi<sub>5</sub>Mg; G-AlSi<sub>8</sub>Cu<sub>3</sub>; G-AlCu<sub>4</sub>Ti; G-AlCu<sub>4</sub>TiMg verstanden

[0017] Für die Zwecke der Erfindung eignen sich ferner außer Reinmagnesium insbesondere die Magnesiumslegierungen der ASTM-Bezeichnungen AS41, AM60, AZ61, AZ63, AZ81, AZ91, AZ92, HK31, QE22, ZE41, ZH62, ZK51, ZK61, EZ33, HZ32 sowie die Knetlegierungen AZ31, AZ61, AZ80, M1 ZK60, ZK40.

[0018] Desweiteren lassen sich Reintitanium oder auch Titanlegierungen wie TiAl<sub>6</sub>V<sub>4</sub>, TiAl<sub>5</sub>Fe<sub>2,5</sub> und andere einsetzen.

[0019] Besonders bevorzugt im Sinne der vorliegenden Erfindung ist die Oxidkeramiksicht aus einem mehr oder weniger gradiertem Material hergestellt, bei dem die Oxidkeramiksicht auf der Seite der Sperrschicht dicht gesintert ist und auf der gegenüberliegenden Seite über ein weitmaschig verknüpftes Kapillarsystem aufweist. Entsprechende Oxidkeramiksichten sind beispielsweise aus der DE 42 39 391 C2 bekannt.

[0020] Auch im Sinne der vorliegenden Erfindung werden Oxidkeramiksichten mit einer Dicke von 40 bis 150 µm, insbesondere 50 bis 120 µm eingesetzt, wie sie auch aus der DE 42 39 391 C2 bekannt sind.

[0021] Die Fluorpolymere, die im Sinne der vorliegenden Erfindung eingesetzt werden können, sind vorzugsweise ausgewählt aus fluorierten Epoxid-Polymeren, Silylethern, insbesondere fluoraliphatischen Silylethern, Polyacrylaten und/oder Urethanen.

[0022] Unter der Bezeichnung Fluorad™ werden von der Firma 3M eine Reihe von verschiedenen Fluoropolymeren vertrieben. Fluorad™FC-405/60 wird als konzentrierte Lösung eines fluoraliphatischen Silylethers beschrieben, der sich mit Alkohol, Ketonen, Acetat verdünnen und auch in Wasser auflösen lässt. Fluorad™FC-722 wird als fluoriertes Acrylpolymer in einem inerten fluorierten Lösungsmittel beschrieben. Als Thermoplast trocknet das Mittel nicht aus, wodurch höhere Temperaturen und exotherme Reaktionen durch UV- oder Niedrigtemperatursysteme überflüssig werden. Fluorad™FC-725 wird als fluoriertes Acrylat-Polymer in Butylacetat beschrieben. Es handelt sich dabei um ein einkomponentiges gelöstes Polymer mit einer unbegrenzten Haltbarkeit.

[0023] Besonders bevorzugt im Sinne der vorliegenden Erfindung werden die Fluorpolymere in einer Schichtdicke von 1 bis 20 µm, insbesondere 1 bis 5 µm aufgebracht. Bei den Polyacrylaten ist eine besonders geringe Schichtdicke von besonderem Vorteil. Hier ist es beispielsweise möglich, diese auch in einer Schichtdicke von 1 bis 2 µm aufzubringen.

[0024] Zum Imprägnieren der Gegenstände können verschiedene Verfahren eingesetzt werden. Das jeweils ausgewählte Verfahren hängt von den zu verwendenden Fluorpo-

lymeren und den Anforderungen an die Gegenstände ab.

[0025] Das Trockenvakuum-/Druck-Imprägnierverfahren ist das langsamste und komplizierteste Vakuumimprägnierverfahren. Der nachfolgend beschriebene Prozess der Vakuumimprägnierung erfordert zwei Tanks, einen Vorrats-tank für die Lösung des Fluorpolymeren und einen, in dem die Gegenstände/Werkstücke imprägniert werden:

- Vakuumziehen im Imprägnierbehälter, um die Luft aus den Poren der Gegenstände zu entfernen;
- Umfluten der Lösung des Fluorpolymeren aus dem Vorratsgang in den Imprägnierbehälter, bis die noch immer im Vakuum befindlichen Werkstücke überflutet sind;
- Imprägnierbehälter belüften und anschließend mit Druckluft unter Druck setzen;
- mit Hilfe des Überdrucks die Lösung des Fluorpolymeren in den Vorratsbehälter zurückfluten, und anschließend auf Normaldruck entlüften;
- Gegenstände entnehmen und abspülen;
- weitere Verfahrensschritte durchführen.

[0026] Das Trocken-/Vakuum-Verfahren wird vorzugsweise bei hochviskosen Lösungen von Fluorpolymeren eingesetzt. Besonders bevorzugt wird dieses Verfahren auch im Sinne der vorliegenden Erfindung dann eingesetzt, wenn die Poren sehr klein und die Anforderungen an die beschichteten Gegenstände ungewöhnlich hoch sind.

[0027] Beim Nassvakuum-/Druck-Verfahren ist nur ein Tank erforderlich. Die Gegenstände tauchen in die Lösung des Fluorpolymeren ein, die ständig im Imprägnierbehälter verbleibt. Die Gegenstände und die Lösung des Fluorpolymeren werden gemeinsam unter Vakuum und anschließend mit Druckluft unter Druck gesetzt:

- Vakuumziehen im Imprägnierbehälter, um die Luft aus den Poren der Teile zu entfernen;
- auf Normaldruck belüften und anschließend Tank mit Druckluft unter Druck setzen;
- auf Normaldruck entlüften;
- Werkstücke entnehmen und abspülen;
- weitere Verfahrensschritte durchführen.

[0028] Das Nassvakuum-/Druck-Verfahren wird beispielsweise zum Imprägnieren von Gegenständen mit sehr kleinen Poren und für Sintermetall-Teile mit hoher Dichte empfohlen.

[0029] Das Nassvakuum-Verfahren ist die einfachste und schnellste Vakuumimprägnier-Methode. Sie ist mit dem Nassvakuum-/Druck-Verfahren vergleichbar; der Tank wird jedoch nicht unter Druck gesetzt. Stattdessen wird der Imprägnierbehälter nach dem Vakuum lediglich belüftet. Das Dichtungsmaterial dringt bei atmosphärischem Druck in die Teile ein. Die Lösung des Fluorpolymeren fließt in das in den Poren der Teile entstandene Vakuum und spült es aus:

- Vakuumziehen, um die Luft aus den Poren zu entfernen;
- auf Normaldruck belüften;
- Teile kurz im Imprägnierbehälter belassen, damit die Lösung des Fluorpolymeren eindringt;
- Werkstücke entnehmen und abspülen;
- weitere Verfahrensschritte durchführen.

[0030] Die Nassvakuumimprägnierung ist mit Abstand das bevorzugte Verfahren. Ihre Einfachheit und Schnelligkeit sowie der Vorteil niedriger Anlagekosten machen sie zum bevorzugten Verfahren, wenn das Imprägniersystem

neu installiert wird.

[0031] Im Anschluss an die Vakuumimprägnierung entfernt man die nicht benetzenden Lösungsanteile, gegebenenfalls bei erhöhter Temperatur das Lösungsmittel entfernt. Beispielsweise kann eine fluoraliphatische Beschichtung wie die des Fluorad<sup>TM</sup>FC-405/60 innerhalb einer kurzen Zeitspanne von 5 bis 10 min bei 110°C oder im Verlauf von 24 Stunden bei Raumtemperatur getrocknet werden.

[0032] Zur Erhöhung der Schichtdicke ist es selbstverständlich auch möglich, die Schritte des Einbringens und des Trocknens der Fluorpolymere mehrfach zu wiederholen.

[0033] Die Erfindung umfasst in einer weiteren Ausführungsform Gegenstände aus Ventilmetallen, die nach dem obengenannten Verfahren erhältlich sind. Besonders bevorzugt im Sinne der vorliegenden Erfindung handelt es sich dabei um Rotoren für Turbomolekularpumpen, die meist aus Aluminium oder Aluminiumlegierungen hergestellt werden.

[0034] Mit Hilfe der vorliegenden Erfindung werden Gegenstände erhältlich, die sich durch einen äußerst niedrigen Scheinleitwert der Oberfläche auszeichnen, wie durch vergleichende Messungen des Scheinleitwerts von unbehandelten Oxidschichten und Vakuum-imprägnierten Oxidschichten gezeigt werden konnte.

[0035] Bei der Vakuumimprägnierung ist die komplette Füllung der Poren in der oxidischen Schicht und somit der gesamten Oberfläche gewährleistet.

[0036] Bei den Porenabmessungen von plasmachemisch erzeugten Schichten, insbesondere bei hartanodischen Oxidschichten, ist diese Vorgehensweise besonders vorteilhaft.

[0037] Die klassische Tauchbehandlung erreicht nur die benetzbare Oberfläche, dringt aber nicht in die Poren (hier besonders in die Poren hartanodischer Schichten) ein.

[0038] Hierzu werden Tests an plasmaoxidischen Schichten durchgeführt, die einen Unterschied zeigten:

[0039] Ein Scheinleitwert von 42  $\mu$ S wurde bei einer Tauchbehandlung mit thermischer Nachbehandlung bei 110  $\pm$  10°C über einen Zeitraum von 30 min gegenüber 7  $\mu$ S bei einer erfindungsgemäßen Vakuumimprägnierung ermittelt.

#### Ausführungsbeispiele

##### Beispiel 1/Vergleichsbeispiel 1

[0040] Ein Probeblech aus der Aluminiumlegierung AlMgSi1 wurde in einem Normal-Standardelektrolyten anodisch oxidiert und eine Schichtdicke von durchschnittlich 25  $\mu$ m ermittelt. Das Probeblech wurde getrocknet und der Scheinleitwert zu 140  $\mu$ S bestimmt (Vergleichsbeispiel 1).

[0041] Danach wurde das Probeblech in eine Lösung des kommerziell erhältlichen fluorierten Acrylats Fluorad<sup>TM</sup>FC-732 bei einem Druck von < 0,1 mbar Vakuum-imprägniert und anschließend bei einer Temperatur von  $\pm$  10°C im Verlauf von 30 min behandelt und ebenfalls der Scheinleitwert ermittelt. Es ergab sich ein Scheinleitwert nach dem Vakuumimprägnieren von 10  $\mu$ S (Beispiel 1).

[0042] Zur vergleichenden Bestimmung des Scheinleitwertes wurde eine Messzelle mit einer Kontaktfläche von 2,3 mm Durchmesser verwendet. Als Hilfselektrolyte diente eine Kaliumsulfatlösung. Für die Messung selbst wurde ein "Anotest YD" der Firma Fischer eingesetzt.

##### Beispiel 2/Vergleichsbeispiel 2

[0043] Ein Probeblech aus der Aluminiumlegierung gemäß Beispiel 1/Vergleichsbeispiel 1 wurde mit einer 20  $\mu$ m dicken Plasma-oxidischen Schicht beschichtet. Die Probe

wurde ebenfalls getrocknet und der Scheinleitwert zu durchschnittlich 35  $\mu$ S bestimmt (Vergleichsbeispiel 2).

[0044] Danach wurde die Probe wie in Beispiel 1 beschrieben Vakuumimprägniert und thermisch behandelt. Anschließend wurde der Scheinleitwert zu < 3  $\mu$ S ermittelt (Beispiel 2).

#### Patentansprüche

1. Verfahren zur Beschichtung von Gegenständen aus Ventilmetallen oder deren Legierungen mit einer dünnen Sperrschicht aus dem Metall und einer darauf befindlichen Oxidkeramikschiicht, deren Oberfläche mit Fluorpolymeren beschichtet ist, **dadurch gekennzeichnet**, dass man die Fluorpolymere in Form einer Lösung durch Vakuumimprägnierung in das Kapillarsystem der Oxidkeramikschiicht einbringt und nach Entfernung der nicht benetzenden Lösungsanteile trocknet.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man als Ventilmetall Aluminium, Magnesium, Titan, Niob und/oder Zirkonium und deren Legierungen einsetzt.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass man eine Oxidkeramikschiicht einsetzt, die aus einer dichten gesinterten Oxidkeramikschiicht auf der Sperrschicht und einer auf der dicht gesinterten Oxidkeramikschiicht befindlichen Oxidkeramikschiicht mit einem weitmaschig verknüpften Kapillarsystem besteht, die durch plasmachemische anodische Oxidation aufgebracht wurde.

4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass man eine Oxidkeramikschiicht mit einer Dicke von 40 bis 150  $\mu$ m, insbesondere 50 bis 120  $\mu$ m einsetzt.

5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass man Fluorpolymere einsetzt, die ausgewählt sind aus fluorierten Epoxid-Polymeren, Silylethern, insbesondere fluoraliphatischen Silylethern, Polyacrylaten und/oder Urethanen.

6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass man die Fluorpolymere in einer Schichtdicke von 1 bis 20  $\mu$ m, insbesondere 1 bis 5  $\mu$ m aufbringt.

7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass man die Schritte des Einbringens und des Trocknens der Fluorpolymere mehrfach wiederholt.

8. Gegenstand aus Ventilmetallen erhältlich nach einem Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 7.

9. Gegenstand nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, dass er ein Rotor aus Aluminium oder Aluminiumlegierungen für Turbomolekularpumpen ist.